



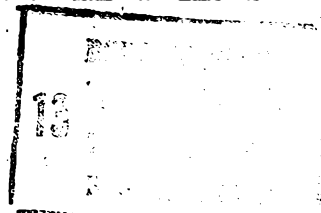
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1130802 A

3 (50) G 01 N 31/22; B 01 D 11/04

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3646576/23-26

(22) 23.09.83

(46) 23.12.84, Бюл. № 47

(72) З.А. Темердашев, Б.П. Бурyleв,
С.В. Пурдин, В.Л. Векшин и А.И. Кре-
тов

(71) Кубанский государственный уни-
верситет

(53) 543.42.062 (088.8)

(56) 1. Федоров А.А. Аналитическая
химия фосфора. М., "Наука", 1974,
с.45-50.

2. Авторское свидетельство СССР
№ 810608, кл. С 01 В 25/00, 1981.

(54)(57) 1. СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОС-
ФОРА, включающий введение в анали-
зируемый раствор молибдата и восста-
новителя, экстрагирование образовав-
шегося гетерополикомплекса кетонами
и последующее спектрофотометрирование
экстракта, о т л и ч а ю щ и й с я
тем, что, с целью повышения чувстви-
тельности, селективности анализа и
упрощения процесса, в анализируемый
раствор дополнительно вводят анти-
монит-тарtrat.

2. Способ по п. 1, о т л и ч а ю -
щ и й с я тем, что в качестве кето-
нов используют метилпропилкетон или
циклопентанон.

(19) SU (11) 1130802 A

Изобретение относится к аналитической химии, а именно для определения фосфора в сплавах, сталях, материалах сварочного производства, веществах высокой чистоты и др.

Известен способ определения фосфора, включающий введение в анализируемый раствор молибдата и восстановителя и последующее спектрофотометрирование экстракта [1].

Однако способ характеризуется недостаточной чувствительностью и плохой воспроизводимостью. Для определения низких содержаний фосфора измерения необходимо проводить в ультрафиолетовой области, в которой снижается селективность и требуется применение сложных измерительных систем.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к предлагаемому является способ определения фосфора, включающий введение в анализируемый раствор молибдата, восстановителя, и красителя трифенилметанового ряда, экстрагирование образовавшегося комплекса кетоном-этилацетатом и последующее спектрофотометрирование экстракта [2].

Однако известный способ характеризуется недостаточной чувствительностью - молярный коэффициент поглощения составляет $(2,14-3,1) \cdot 10^5$. Кроме того, необходимость отмывки избыточного количества красителя, в результате чего может разрушиться и сам ассоциат, снижает чувствительность, воспроизводимость способа. Также представляется сложным полное отделение образуемого ассоциата фосфорванадиймолибденовый комплекс-краситель в виде пленки от органической и неорганической фаз, что влияет на избирательность и усложняет определение.

Цель изобретения - повышение чувствительности и селективности анализа и упрощение процесса.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу определения фосфора, включающему введение в анализируемый раствор молибдата и восстановителя, экстрагирование образовавшегося гетерополикомплекса кетонами и последующее спектрофотометрирование экстракта, в анализируемый раствор дополнительно вводят антимолибд-тартрата.

При этом в качестве кетонов используют метилпропилкетон или циклопентанон.

На основе спектрофотометрических исследований фосформолибденового, фосфортитанолибденового, фосфорхромомолибденового, фосфоржелезомолибденового, фосфоралюмомолибденового и фосфорсурьмяномолибденового комплексов установлено, что в видимой области эти соединения не имеют максимумов поглощения, кроме фосфорсурьмяномолибденового комплекса, у которого наблюдаются два максимума соответственно при 750 и 850 нм, что позволяет проводить фотометрирование без добавки красителей. Отсутствие красителей исключает необходимость отмывки образуемого комплекса от избытка красителей.

Выбор кетонов как экстрагентов обоснован их избирательностью при экстрагировании фосфорсурьмяномолибденового комплекса. Изучены предельные концентрации хрома, железа, кремния, титана, молибдена, ванадия и церия в растворе, которые могут оказать влияние на точность определения фосфора. Установлено, что 100-кратный избыток кремния и титана, 400-кратный избыток молибдена, 300-кратный избыток ванадия, 100000-кратный избыток хрома, железа и церия не мешают определению фосфора.

Пример 1. 30 мг ферросилиция переносят в колбу на 100 мл, затем прибавляют 5 мл азотной кислоты (1:1) и нагревают до растворения, прибавляют 5 капель тетрафторборной кислоты. Смесь нагревают до высушивания. Прибавляют 3 мл хлорной кислоты (60%) и нагревают раствор до появления белых паров. К раствору приливают 5 мл сульфита натрия (10%) и нагревают до кипения с целью удаления его избытка, который определяется отсутствием коричневого цвета. В случае наличия осадка его отфильтровывают. Фильтрат помещают в мерную колбу на 25 мл и доводят до метки. Аликвоту (5 мл) помещают в делительную воронку на 50 мл, добавляют 2 мл соляной кислоты (1:1); приливают 3 мл раствора молибдата аммония, 2 мл 1 М раствора аскорбиновой кислоты, 2 мл раствора тартрата сурьмянокислого калия. Через 3 мин проводят экстракцию метилпропилкетона. Органи-

ческую фазу переносят в мерную колбу на 25 мл, доводят до метки и фотометрируют при 850 нм в виде фосфорсурьмяномолибденового комплекса. Содержание фосфора 0,045% (аттестованное содержание 0,044). Ошибка определения 3%.

П р и м е р 2. 30 мг ферротитана переносят в колбу на 100 мл. Затем прибавляют 5 мл азотной кислоты (1:1) и нагревают до растворения. Смесь нагревают до высушивания. Прибавляют 3 мл хлорной кислоты (60%) и нагревают раствор до появления белых паров. К раствору приливают 8 мл сульфита натрия (10%) и нагревают до кипения с целью удаления его избытка, который определяется отсутствием коричневого цвета. В случае наличия осадка его отфильтровывают. Фильтрат помещают в мерную колбу на 25 мл и доводят до метки. Аликвоту (5 мл) помещают в делительную ворон-

ку на 50 мл, добавляют 2 мл соляной кислоты (1:1), прибавляют 3 мл раствора молибдата аммония, 2 мл 1 М раствора аскорбиновой кислоты, 2 мл раствора тартрата сурьмянокислого натрия. Через 5 мин проводят экстракцию циклопентаном. Органическую фазу переносят в мерную колбу на 25 мл, доводят до метки и фотометрируют при 750 нм в виде фосфорсурьмяномолибденового комплекса.

Определено 0,056% фосфора (аттестованное содержание 0,055%). Ошибка определения 3%.

Предлагаемый способ позволяет повысить чувствительность определения фосфора до $5 \cdot 10^{-10}$ г (молярный коэффициент погашения составляет $1,6 \cdot 10^8$) и селективность. Кроме того предлагаемый способ проще известного, так как не требует использования красителей.

Составитель Т. Жукова

Редактор Е. Лушникова Техред М. Гергель

Корректор Л. Пилипенко

Заказ 9603/32

Тираж 822

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИИП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4